

EDICT OF GOVERNMENT

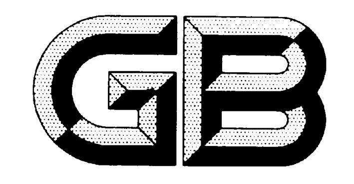
GB 22170 (2008) (Chinese):
Pyrazosulfuron-ethyl Wettable Powders

知識

BLANK PAGE



ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

吡嘧磺隆可湿性粉剂

Pyrazosulfuron-ethyl Wettable Powders

（报批稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第 3 章、第 5 章是强制的，其余是推荐的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会（CSBTS/TC 133）归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：许来威、邢红、张雪冰。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

吡嘧磺隆可湿性粉剂

该产品有效成分吡嘧磺隆的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Pyrazosulfuron-ethyl

CAS 登录号：[93697-74-6]

化学名称：5-(4,6-二甲氧基嘧啶-2-基氨基甲酰氨基磺酰基)-1-甲基吡唑-4-羧酸乙酯

结构式：

实验式：$C_{14}H_{18}N_6O_7S$

相对分子质量：414.4 (按 2001 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：181℃ ~ 182℃

蒸气压(20℃)：14.7μPa

溶解度(20℃，g/L)：水中 0.0145、甲醇 0.7、正己烷 0.2、苯 15.6、三氯甲烷 234.4、丙酮 31.7

稳定性：50℃条件下稳定 6 个月；在 pH = 7 时相对稳定，在酸性或碱性介质中不稳定。

1 范围

本标准规定了吡嘧磺隆可湿性粉剂的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于由吡嘧磺隆原药、填料及适宜的助剂加工而成的吡嘧磺隆可湿性粉剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药pH值测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605-2001 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

GB/T 5451 农药可湿性粉剂润湿性测定方法

GB/T 14825 农药可湿性粉剂悬浮率测定方法

GB/T 16150 农药粉剂、可湿性粉剂细度测定方法

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观：本品应由符合标准的吡嘧磺隆原药与适宜的助剂和填料加工制成，为组成均匀疏松粉末，不应有团块。

3.2 吡嘧磺隆可湿性粉剂应符合表 1 要求。

表1 吡嘧磺隆可湿性粉剂控制项目指标

项　　目		指　　标	
吡嘧磺隆质量分数/%		7.5±0.8	10.0±1.0
悬浮率/%	≥	75	
水分/%	≤	2.0	
pH值范围		5.0～8.0	
润湿时间/s	≤	90	
细度（通过44μm标准筛）/%	≥	98	
热贮稳定性试验[a]		合格	
a 正常生产时，热贮稳定性试验每3个月至少进行一次。			

4 试验方法

4.1 抽样

按GB/T 1605-2001 中“固体制剂采样”方法进行。用随机数表法确定抽样的包装件；最终抽样量应不少于300 g。

4.2 鉴别试验

高效液相色谱法──本鉴别试验可与吡嘧磺隆含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某一色谱峰的保留时间与标样溶液中吡嘧磺隆色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5% 以内。

4.3 吡嘧磺隆质量分数的测定

4.3.1 方法提要

试样以甲醇溶解，以甲醇-水为流动相，使用ODS Hypersil、5μm为填料的色谱柱和紫外可变波长检测器，对试样中的吡嘧磺隆进行液相色谱分离和测定。

4.3.2 试剂和溶液

甲醇：色谱纯；

水：新蒸二次蒸馏水；

吡嘧磺隆标样：已知含量，≥98.0%

4.3.3 仪器

液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器和定量进样阀；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：4.6 mm(id)×200 mm 不锈钢柱，内装 ODS Hypersil、5μm 填充物（或具有相同柱效的其它反相色谱柱）；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

超声波浴槽；

微量进样器：≥50μL

4.3.4 液相色谱操作条件

流动相：ψ（CH_3OH：H_2O）= 70：30（用磷酸调pH = 3）；

流动相流量：1.0 mL/min；

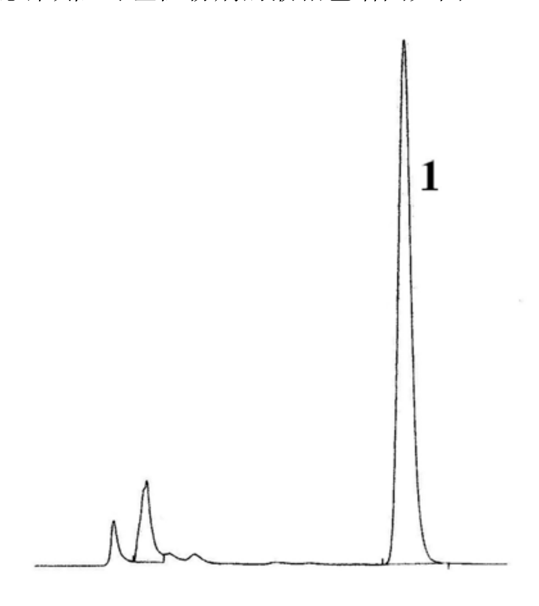
柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：241 nm；

进样体积：10 μL；

保留时间：吡嘧磺隆 约 8.0 min。

上述液相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的吡嘧磺隆可湿性粉剂的液相色谱图见图1。



1——吡嘧磺隆

图1 吡嘧磺隆可湿性粉剂的液相色谱图

4.3.5 测定步骤

4.3.5.1 标样溶液的配制

称取吡嘧磺隆标样0.05 g（精确至0.0002 g），置于100 mL容量瓶中，加入80 mL甲醇，放入超声波浴槽中超声溶解5 min。取出，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用移液管准确吸取10.00 mL，置于一50 mL容量瓶中，加甲醇定容，摇匀。

4.3.5.2 试样溶液的配制

称取含吡嘧磺隆0.05 g的试样（精确至0.0002 g），置于50 mL容量瓶中，加入40 mL甲醇，放入超声波浴槽中超声溶解5 min。取出，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用滤膜孔径约0.45μm的过滤器过滤。

4.3.5.3 测定

在上述色谱操作条件下，待仪器稳定后，连续注入数针标样溶液，直至相邻两针吡嘧磺隆峰面积相对变化小于1.0%后， 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进样分析。

4.3.6 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中吡嘧磺隆的峰面积分别进行平均。试样中吡嘧磺隆的质量分数 ω_1（%）按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times \omega}{A_1 \times m_2 \times 10} \cdots\cdots (1)$$

式中：

A_1——标样溶液中吡嘧磺隆峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中吡嘧磺隆峰面积的平均值；

m_1——标样的质量，单位为克（g）；

m_2——试样的质量，单位为克（g）；

ω——吡嘧磺隆标样中吡嘧磺隆的质量分数，% 。

4.3.7 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于0.3%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4 悬浮率的测定

4.4.1 测定步骤

按GB/T 14825进行。称取含吡嘧磺隆0.10 g的试样（精确至0.0002 g）。用60 mL甲醇将量筒内剩余的25 mL悬浮液及沉淀物全部转移至100 mL容量瓶中，在超声波下振荡5 min，冷却至室温后，加入甲醇定容，摇匀；用滤膜孔径约0.45μm的过滤器过滤。按4.3测定其中的吡嘧磺隆质量。

4.4.2 计算

悬浮率 ω_2（%）按式(2)、式(3)、式(4)计算：

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 111.1 \qquad (2)$$

$$m_1 = m_s \bullet \omega_1 \qquad (3)$$

$$m_2 = \frac{A_2 \times m_b \times \omega}{A_1 \times 5} \qquad (4)$$

式中：

A_1——标样溶液中吡嘧磺隆峰面积的平均值；

A_2——由剩余的 25 mL悬浮液及沉淀物所配制的试样溶液中吡嘧磺隆峰面积的平均值；

m_1——试样中吡嘧磺隆的质量，单位为克（g）；

m_2——剩余的 25 mL悬浮液及沉淀物中吡嘧磺隆的质量，单位为克（g）；

m_s——试样的质量，单位为克（g）；

m_b——标样的质量，单位为克（g）；

ω_1——试样中吡嘧磺隆的质量分数；

ω——吡嘧磺隆标样中吡嘧磺隆的质量分数。

4.4.3 允许差

两次平行测定结果之差，应不大于5%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水分的测定

按GB/T 1600中的“共沸蒸馏法”法进行。

4.6 pH 值测定

按GB/T 1601进行。

4.7 润湿时间的测定

按GB/T 5451进行。

4.8 细度

按GB/T 16150中“湿筛法”进行。

4.9 热贮稳定性试验

按GB/T 19136中“粉体制剂”进行。热贮后吡嘧磺隆质量分数、悬浮率仍应符合3.2的要求。

4.10 产品的检验与验收

应符合GB/T 1604 的规定。极限数值处理,采用修约值比较法。

5 标志、标签、包装、贮运

5.1 吡嘧磺隆可湿性粉剂的标志、标签、包装，应符合 GB 3796 的规定。

5.2 吡嘧磺隆可湿性粉剂应用清洁、干燥、内衬塑料袋的编织袋包装，每袋净含量为 25 kg。

5.3 根据用户要求或订货协议，可以采用其它形式的包装，但需符合 GB 3796 的规定。

5.4 吡嘧磺隆可湿性粉剂包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.5 贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.6 **安全**：本品属低毒磺酰脲类农药，吞噬和吸入均有毒。使用本品时要戴护镜和胶皮手套，穿必要的防护衣物。如皮肤、眼睛不慎沾上本品，应立即用大量清水冲洗。误服者立即送医院急救。

5.7 **保证期**：在规定的贮运条件下，吡嘧磺隆可湿性粉剂的保证期，从生产日期算起为3年。
